

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
17. Oktober 2002 (17.10.2002)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 02/081393 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: **C03B 37/012**,
23/047

(21) Internationales Aktenzeichen: **PCT/EP02/03447**

(22) Internationales Anmeldedatum:
27. März 2002 (27.03.2002)

(25) Einreichungssprache: **Deutsch**

(26) Veröffentlichungssprache: **Deutsch**

(30) Angaben zur Priorität:
101 17 153.6 5. April 2001 (05.04.2001) **DE**

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von
US): **HERAEUS TENEVO AG** [DE/DE]; Quarzstrasse 8,
63450 Hanau (DE).

(71) Anmelder (nur für JP, SG): **SHIN-ETSU QUARTZ
PRODUCTS CO., LTD.** [JP/JP]; 22-2, Nishi-shinjuku
1-chome, Shinjuku-ku, Tokyo 160-0023 (JP).

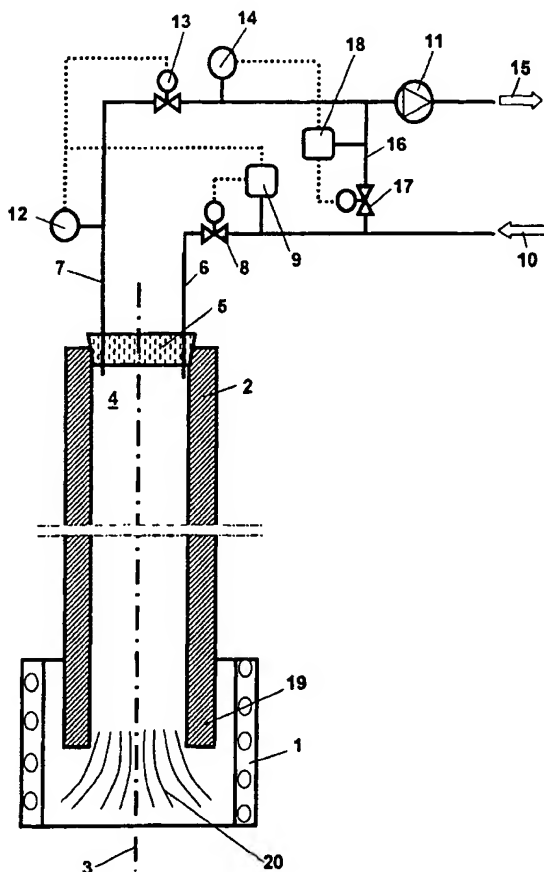
(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **SCHMITT, Clemens**
[DE/DE]; Wingertsweg 3, 63825 Blankenbach (DE).
BRÄUER, Karsten [DE/DE]; Königsberger Strasse
24, 63486 Bruchköbel (DE). **BAUER, Peter** [DE/DE];

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: **METHOD FOR PRODUCING A QUARTZ GLASS COMPONENT**

(54) Bezeichnung: **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES BAUTEILS AUS QUARZGLAS**



(57) Abstract: According to a known method for producing a quartz glass cylinder in a vertical drawing process comprising an attraction phase and a drawing phase, a quartz glass hollow cylinder comprising an inner bore hole having an upper end and a lower end is supplied to a heating zone by means of its lower end, is softened in areas and flattened, closing the inner bore hole. During the drawing phase, an inner pressure ($P_{i,z}$) is applied in the inner bore hole of the hollow cylinder, said inner pressure being reduced in relation to an outer pressure (P_a) which is applied outside said bore hole. In order to provide a simple and cost-effective method based on the same, which ensures sufficient cleaning and drying of the inner bore hole of the hollow cylinder and which simultaneously prevents the inner wall from being contaminated by particles from the oven atmosphere, the lower end (19) is kept open at least temporarily during the attraction phase, and a gas window (20) is produced in the region of the open, lower end, by introducing a gas flow (10) into the inner bore hole (4) from the upper end, thus maintaining an inner pressure ($P_{i,a}$) which is increased in relation to the outer pressure (P_a) in the region of the open end (19).

(57) Zusammenfassung: Bei einem bekannten Verfahren für die Herstellung eines Zylinders aus Quarzglas in einem eine Anziehphase und eine Ziehphase umfassenden Vertikalziehprozess, wird ein eine Innenbohrung mit einem oberen Ende und einem unteren Ende aufweisender Hohlzylinder aus Quarzglas, mit dem unteren Ende beginnend einer Heizzone zugeführt, darin bereichsweise erweicht und unter Schliessung der Innenbohrung kollabiert, wobei während der Ziehphase in der Innenbohrung des Hohlzylinders ein gegenüber einem ausserhalb davon anliegenden Aussendruck (P_a) verringerter Innendruck ($P_{i,z}$) angelegt wird. Um hiervon ausgehend ein einfaches und kostengünstiges Verfahren anzugeben, das eine ausreichende Reinungen und Trocknung der Innenbohrung des

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]



WO 02/081393 A1

Hohlzylinder gewährleistet



Steinheimer Strasse 24, 63500 Seligenstadt (DE). GÄN-SICKE, Frank [DE/DE]; An der Eitzweide 40a, 63607 Wächtersbach (DE).

(74) **Anwalt: STAUDT, Armin**; Edith-Stein-Strasse 22, 63075 Offenbach (DE).

(81) **Bestimmungsstaaten (national):** AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) **Bestimmungsstaaten (regional):** ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

und das gleichzeitig eine Kontamination der Innenwandung durch Partikel aus der Ofenatmosphäre verhindert, wird erfindungsgemäss vorgeschlagen, dass während der Anziehphase das untere Ende (19) mindestens zeitweise offen gehalten wird, und dass im Bereich des offenen, unteren Endes (19) ein Gasfenster (20) erzeugt wird, indem in die Innenbohrung (4) von dem oberen Ende her ein Gasstrom (10) eingeleitet und dadurch im Bereich des offenen Endes (19) ein gegenüber dem Aussendruck (P_a) erhöhter Innendruck (P_{iA}) aufrechterhalten wird.

Verfahren zur Herstellung eines Bauteils aus Quarzglas

5

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Bauteils aus Quarzglas in einem eine Anziehphase und eine Ziehphase umfassenden Vertikalziehprozess, indem ein eine Innenbohrung mit einem oberen Ende und
10 einem unteren Ende aufweisender Hohlzylinder aus Quarzglas mit dem unteren Ende beginnend einer Heizzone zugeführt, darin bereichsweise erweicht und unter Schließung der Innenbohrung kollabiert wird, wobei während der Ziehphase in der Innenbohrung des Hohlzylinders ein gegenüber einem außerhalb davon anliegenden Außendruck (P_a) verringerter Innendruck ($P_{i,2}$) angelegt
15 wird.

Bei derartigen Bauteilen handelt es sich um Quarzglasstäbe oder um Vorformen für optische Fasern.

Aus der EP-B 598 349 ist ein gattungsgemäßes Verfahren zur Herstellung einer Vorform für optische Fasern durch Überfangen eines Kernstabs aus dotiertem
20 Quarzglas mit einem Mantelglasrohr nach der sogenannten Stab-in-Rohr-Technik bekannt. Dabei wird in der Bohrung eines dickwandigen Hohlzylinders aus Quarzglas ein Kernstab angeordnet und diese Anordnung in vertikaler Orientierung mit ihrem unteren Ende beginnend einem Ziehofen zugeführt und darin zonenweise erweicht. Dabei wird der Hohlzylinder auf den Kernstab kolla-
25 biert und gleichzeitig wird die Anordnung elongiert.

In dem Ringspalt zwischen Hohlzylinder und Kernstab wird während des Kollabierens und Elongierens gegenüber dem außen anliegenden Atmosphärendruck ein Unterdruck von 200 bis 1000 mm Wassersäule (entspricht 20 mbar bis 100 mbar) aufrechterhalten. Um die Einstellung des Unterdrucks auch wäh-
30 rend der Anziehphase – während der die Innenbohrung des Hohlzylinders noch

nicht vollständig kollabiert ist - zu erleichtern, wird das untere Ende des Hohlzylinders verschlossen. Ohne diese Maßnahme würden in die Innenbohrung des Hohlzylinders Partikel aus der Ofenatmosphäre eingesaugt.

Die Innenwandung des Hohlzylinders wird vor dem Vertikalziehprozess in
5 Flusssäure gereinigt. Zum Reinigen und Trocknen der Innenwandungen ist häufig auch während der Anziehphase eine Spülung mit einem reaktiven oder einem inerten Spülgas vorteilhaft. Diese Reinigungs- und Trocknungsmaßnahmen werden durch ein einseitiges Verschließen der Innenbohrung jedoch erschwert.

10 Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein einfaches und kostengünstiges Verfahren anzugeben, das eine ausreichende Reinigung und Trocknung der Innenbohrung des Hohlzylinder gewährleistet und das gleichzeitig eine Kontamination der Innenwandung durch Partikel aus der Ofenatmosphäre verhindert.

Diese Aufgabe wird ausgehend von dem oben genannten Verfahren erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass während der Anziehphase das untere Ende
15 mindestens zeitweise offen gehalten wird, und dass im Bereich des offenen Endes ein Gasfenster erzeugt wird, indem in die Innenbohrung von dem oberen Ende her ein Gasstrom eingeleitet und dadurch im Bereich des offenen Endes ein gegenüber dem Außendruck (P_a) erhöhter Innendruck ($P_{i,A}$) aufrechterhalten wird.
20

Der Vertikalziehprozess umfasst eine Anziehphase und die eigentliche Ziehphase. Während der Anziehphase liegt in der Innenbohrung mindestens zeitweise ein gegenüber dem Außendruck erhöhter Innendruck ($P_{i,A}$), und während der eigentlichen Ziehphase ein verringerter Innendruck ($P_{i,Z}$) an.

25 Die Anziehphase dauert solange an, bis das untere Ende der Innenbohrung des Hohlzylinders durch Kollabieren oder durch Aufschmelzen des Hohlzylinders auf ein in der Innenbohrung angeordnetes Bauteil verschlossen ist. Die Öffnung der Innenbohrung (im folgenden auch als „Bohrungsöffnung“ bezeichnet) weist somit einen kreisförmigen oder eine ringförmigen Öffnungsquerschnitt auf.
30

Während der Anziehphase ist die Innenbohrung mindestens zeitweise offen, so dass die Innenbohrung vor dem Ziehprozess und während der Anziehphase mit einem Inertgas oder mit einem Behandlungsgas im Durchfluss gespült werden kann. Dadurch wird eine effektive Reinigung oder Behandlung der Innenwandung des Hohlzylinders ermöglicht.

Durch Diffusion, unterstützt durch Auftrieb (Thermik) und Strömung (Kamineffekt), können Partikel – auch entgegen einer Gasströmung – in die Innenbohrung gelangen. Um dies zu verhindern, wird im Bereich der Bohrungsöffnung ein Gasfenster erzeugt. Das Gasfenster verhindert einen Eintrag von Partikeln aus der Ofenatmosphäre in die Innenbohrung, solange diese noch offen ist. Das Gasfenster wird dadurch erzeugt, dass in die Innenbohrung von dem oberen Ende her ein Gasstrom eingeleitet wird. Der Gasstrom erschwert jedoch das Kollabieren der Innenbohrung. Die Durchflussmenge des Gasstroms wird daher idealerweise auf das zur Erzeugung eines wirksamen Gasfensters gerade notwendige Minimum beschränkt. Die minimal erforderliche Durchflussmenge hängt vom Öffnungsquerschnitt und von den thermischen Gegebenheiten im Einzelfall ab. Anhand weniger Versuche kann die Gasströmung so eingestellt werden, dass die Strömungsgeschwindigkeit des Gases im Bereich der Bohrungsöffnung ausreicht, um den Eintrag von Partikeln in die Innenbohrung wirksam zu verhindern. Als Gasstrom in diesem Sinne sind Inertgase – wie Stickstoff, Argon oder Inertgasgemische – besonders geeignet,

Als Maß für die Strömungsgeschwindigkeit im Bereich der Bohrungsöffnung wird erfindungsgemäß der Innendruck ($P_{i,A}$) herangezogen. Dieser wird während der Anziehphase im Bereich des offenen Endes der Innenbohrung auf einem gegenüber dem Außendruck (P_a) erhöhten Wert gehalten. Während beim Übergang von der Anziehphase zur eigentlichen Ziehphase anstelle des erhöhten Innendrucks ($P_{i,A}$) der gegenüber dem Außendruck (P_a) verringerte Innendruck ($P_{i,Z}$) angelegt wird.

Es hat sich bewährt, den während der Anziehphase eingestellten, erhöhten Innendruck ($P_{i,A}$) zu regeln, wobei als Stellgröße der Regelung der Durchfluss des in die Innenbohrung eingeleiteten Gasstroms verwendet wird. Im Verlauf der

Anziehphase verringert sich der freie Öffnungsquerschnitt der Bohrungsöffnung. Bei gleicher Durchflussmenge des Gasstroms erhöhen sich dadurch die Strömungsgeschwindigkeit im Bereich der Bohrungsöffnung und der Innendruck ($P_{i,A}$). Um eine optimierte Strömungsgeschwindigkeit (im wesentlichen
5 gleichbedeutend mit einer minimalen, noch wirksamen Durchflussmenge) beizubehalten, wird der Innendruck in der Innenbohrung gemessen und geregelt. Bei ansteigendem Innendruck wird die Durchflussmenge des Gasstroms verringert.

10 In einer bevorzugten Verfahrensweise wird der Innendruck ($P_{i,A}$) während der Anziehphase im wesentlichen konstant gehalten. Dadurch kann während der Anziehphase auch die Strömungsgeschwindigkeit im Bereich der Bohrungsöffnung im wesentlichen konstant gehalten werden.

Vorteilhafterweise wird zur Erzeugung eines Unterdrucks in der Innenbohrung beim Übergang von der Anziehphase zur Ziehphase der erhöhte Innendruck
15 ($P_{i,A}$) auf den verringerten Innendruck ($P_{i,Z}$) allmählich verringert. Durch die allmähliche Druckverringerung kann eine radiale Verformung der Innenbohrung im erweichten Bereich vermieden werden. Erst wenn eine hinsichtlich dieser Verformung kritische Phase überschritten ist – beispielsweise sobald die Bohrungsöffnung vollständig geschlossen ist, wird der Innendruck in der Innenbohrung
20 auf den vorgegebenen Unterdruck eingestellt. Auf diese Weise gelingt es, in der eigentlichen Ziehphase einen vergleichsweise geringen Innendruck (hohen Unterdruck) einzustellen, ohne dass es zu radialen Verformungen des Hohlzylinders kommt. Der niedrigere Innendruck ermöglicht wiederum ein schnelleres Kollabieren der Innenbohrung während der Ziehphase und somit
25 eine Beschleunigung des Ziehverfahrens.

Als „Unterdruck“ wird der absolute Betrag der Druckdifferenz zwischen dem außerhalb der Innenbohrung im Bereich der erweichten Zone anliegenden Außendruck und dem Druck in der Innenbohrung (Innendruck) definiert. Der Außendruck entspricht im einfachsten Fall - aber nicht notwendigerweise – Atmosphärendruck. Da der Innendruck niedriger ist als der Außendruck haben die
30 Unterdruckwerte positives Vorzeichen. Im Sinne dieser Definition ist somit eine

Verringerung des Innendrucks gleichbedeutend mit einer Vergrößerung des Unterdrucks.

Die „allmähliche“ Verringerung des Innendrucks während der Anziehphase erfolgt vorzugsweise stetig, wobei aber eine Verringerung in kleinen Einzelschritten für den technischen Erfolg der erfindungsgemäßen Lehre unschädlich ist.

Infolge des Schließens der Bohrungsöffnung wird der Übergang von der Anziehphase zur Ziehphase durch einen charakteristischen Druckanstieg in der Innenbohrung eingeleitet, dem zunächst durch die Druckregelung entgegengewirkt werden kann. Es hat sich als günstig erwiesen, die Durchflussmenge des Gasstroms zu messen, wobei definitionsgemäß der Übergang von der Anziehphase zur Ziehphase einsetzt, sobald die Durchflussmenge gleich Null ist. Danach wird die Verringerung des Innendrucks auf den vorgegebenen Unterdruck eingeleitet.

Weiterhin hat es sich bewährt, den Innendruck ($P_{i,A}$) um 50 mbar pro Minute oder langsamer zu verringern. Eine langsame Absenkung des Innendrucks mindert die Gefahr von *radialen Verformungen des Hohlzylinders im erweichten Bereich*. Der vorgegebene Unterdruck wird erst erreicht, wenn sich der Ziehprozess stabilisiert hat, so dass die Gefahr einer Verformung beim restlichen Kollabieren des Hohlzylinders gering ist.

Es hat sich als günstig erwiesen, den Unterdruck zunächst auf einen vorgegebenen Sollwert einzuregeln. Unter dem „Sollwert“ des Innendrucks wird ein Absolutwert für den Druck in der Innenbohrung verstanden, der während der eigentlichen Ziehphase in etwa einzustellen ist

In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird der Unterdruck im Bereich zwischen 0 und 500 mbar, vorzugsweise oberhalb von 70 mbar, eingestellt. Durch den vergleichsweise hohen Unterdruck wird das Kollabieren der Innenbohrung im erweichten Bereich – und damit der gesamte Ziehprozess – beschleunigt. Diese Verfahrensweise ist besonders geeignet, wenn die Innenbohrung eines Hohlzylinders vollständig kollabiert werden soll.

Das erfindungsgemäße Verfahren hat sich insbesondere bei Einsatz eines dickwandigen Hohlzylinders mit einem Außendurchmesser von mehr als 120 mm und einem Verhältnis von Außendurchmesser und Innendurchmesser von mindestens 2 bewährt. Die für das Kollabieren derartiger dickwandiger Hohlzylinder erforderlichen Prozesszeiten werden durch das erfindungsgemäße Verfahren deutlich verkürzt, so dass das Verfahren die Verarbeitung einer großer Quarzglasmasse ermöglicht.

Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich insbesondere zur kostengünstigen Herstellung eines Bauteils in Form eines Vollzylinders für die Fertigung eines optischen Wellenleiters, indem ein Hohlzylinder aus hochreinem, synthetischem Quarzglas eingesetzt wird.

Nachfolgend wird das erfindungsgemäße Verfahren anhand von Ausführungsbeispielen und einer Zeichnung näher erläutert. In der Zeichnung sind Verfahrensschritte zur Herstellung eines Quarzglasstabs durch Kollabieren und Elongieren eines Hohlzylinders mittels des erfindungsgemäßen Vertikalziehverfahren schematisch dargestellt, und zwar im einzelnen, in

Figur 1 die Anziehphase unter allmählicher Schließung der Innenbohrung und in

Figur 2 die eigentliche Ziehphase.

Figur 1 zeigt das erfindungsgemäße Verfahren während der Anziehphase und eine zur Durchführung des Verfahrens geeignete Vorrichtung. Die Vorrichtung umfasst einen vertikal angeordneten, auf Temperaturen oberhalb von 2300°C beheizbaren Ofen 1. In den Ofen 1 wird von oben ein Hohlzylinder 2 aus synthetischem Quarzglas (gebrochen dargestellt) mit vertikal orientierter Längsachse 3 eingeführt. Die Innenbohrung 4 des Hohlzylinders 2 ist nach unten hin offen, und nach oben mit einem Stopfen 5 verschlossen. Durch den Stopfen 5 sind eine Spülleitung 6 und eine Vakuumleitung 7 in die Innenbohrung 4 hineingeführt.

Grundsätzlich sind in den Figuren 1 und 2 Gasleitungen als durchgezogene Linien, und elektrische Leitungen als punktierte Linien dargestellt.

Die Spülgasleitung 6 ist über ein erstes Regel- und Absperrventil 8 und über ein erstes Durchflussmessgerät 9 mit einer Stickstoffquelle verbunden, von der aus
5 über die Spülgasleitung 6 und die Innenbohrung 4 ein Stickstoffstrom 10 in den Ofen 1 eingeleitet werden kann.

An der Vakuumleitung 7 sind zwischen einer Vakuumpumpe 11 eine erste Druckmessdose 12 und – nach einem zweiten Absperrventil 13 – eine zweite Druckmessdose 14 vorgesehen. Die von der Vakuumpumpe 11 abgesaugte
10 Abluft ist in Figur 1 mit dem Richtungspfeil 15 symbolisiert.

Spülgasleitung 6 und Vakuumleitung 7 sind über eine Verbindungsleitung 16 miteinander verbunden, wobei die Verbindungsstellen der Verbindungsleitung 16 einerseits (Spüleleitung 6) - in Strömungsrichtung des Stickstoffstroms 10 gesehen – vor dem Regel- und Absperrventil 8, und andererseits (Vakuumleitung
15 7) vor der Vakuumpumpe 11 liegen. In der Verbindungsleitung 16 ist ein drittes Regel- und Absperrventil 17, das über ein zweites Durchflussmessgerät 18 mit der zweiten Druckmessdose 14 verbunden ist, vorgesehen. Weiterhin ist die erste Druckmessdose 12 mit dem zweiten Absperrventil 13 und – über das erste Durchflussmessgerät 9 – mit dem Regel- und Absperrventil 8 verbunden.

20 Das untere Ende 19 der Innenbohrung 4 ist während der Anziehphase offen. Durch den von oben in die Innenbohrung 4 eingeleiteten Stickstoffstrom 10 wird während der Anziehphase im Bereich des unteren Endes 19 ein Gasfenster 20 erzeugt, das einen Eintrag von Partikeln in die Innenbohrung 4 vermindert.

In **Figur 2** ist die gleiche Vorrichtung dargestellt, wie in Figur 1. Sofern in Figur
25 2 identische Bezugsziffern wie in Figur 1 verwendet sind, so bezeichnen diese gleiche oder äquivalente Bauteile und Bestandteile der Anlage, wie die entsprechenden Bezugsziffern in Figur 1. Auf die obigen Erläuterungen wird insoweit verwiesen.

Figur 2 zeigt den auf die Anziehphase folgenden Verfahrensschritt, die eigentliche Ziehphase. Dabei wird aus dem im Ofen 1 erweichten Hohlzylinder 2 unter Einsatz eines (in Figur 2 nicht gezeigten) Abzugs ein Quarzglasstab 21 gezogen, wobei in der Innenbohrung 4 ein – gegenüber dem im Innenraum des
5 Ofens 1 anliegenden Atmosphärendruck – verringerter Innendruck ($P_{i,z}$) eingestellt wird .

Nachfolgend wird eine für das erfindungsgemäße Verfahren typische Verfahrensweise anhand den Figuren 1 und 2 näher beschrieben:

Der Hohlzylinder 2 hat einen Außendurchmesser von 150 mm und eine Wandstärke von 50 mm. Nachdem der Ofen 1 auf seine Solltemperatur von ca. 2300
10 °C aufgeheizt ist, wird der Hohlzylinder 2 mit dem unteren Ende 19 von oben in den Ofen 1 eingefahren und bei einer Position etwa in der Mitte des Ofens 1 erweicht. Sobald sein unteres Ende 19 abschmilzt, wird der Hohlzylinder 1 mit einer Absenkgeschwindigkeit von 18 mm/min abgesenkt.

15 Die anfänglich am unteren Ende 19 offene Innenbohrung 4 ist am oberen Ende mit dem Stopfen 5 verschlossen. Im Ofeninnenraum herrscht annähernd Atmosphärendruck (P_a). In der Anziehphase wird in der Innenbohrung 4 ein leichter Überdruck gegenüber P_a erzeugt und aufrechterhalten. Hierbei ist das Regel- und Absperrventil 8 geöffnet und das Absperrventil 13 ist geschlossen. Über die
20 Spülleitung 6 wird ein Stickstoffstrom 10 in die Innenbohrung 4 eingeleitet. Der Durchfluss des Stickstoffstroms 10 wird mittels der Regel- und Absperrventile 8 (bzw. 17) geregelt, wobei das Regel- und Absperrventil 8 gemeinsam mit dem ersten Durchflussmessgerät 9 einen Durchflussregler (MFC) bildet. Die Regelung des Stickstoffstroms 10 erfolgt derart, dass sich in der Innenbohrung 4 ein
25 im wesentlichen konstanter Innendruck ($P_{i,A}$) von 1,5 mbar einstellt. Hierzu wird der Innendruck ($P_{i,A}$) mittels der ersten Druckmessdose 12, die mit dem ersten Durchflussmessgerät 9 verbunden ist, kontinuierlich gemessen und der Durchfluss des Stickstoffstroms 10 entsprechend eingestellt (Stellgröße der Druckregelung). Aufgrund der so erzeugten Gasströmung und des Innendrucks ($P_{i,A}$)
30 bildet sich im Bereich des unteren Endes der Innenbohrung 4 ein Gasfenster

20, das eine Eindiffusion von Partikeln in die Innenbohrung während der Anziehphase wirksam verhindert.

Im Bereich einer Verformungszone erweicht der Hohlzylinder 2 und die Innenbohrung 4 kollabiert dabei allmählich. Der damit einhergehende Anstieg des Innendruck ($P_{i,A}$) wird zunächst durch entsprechende Reduzierung der Stickstoff-Durchflussmenge mittels der oben beschriebenen Durchflussregelung (MFC; Durchflussmessgerät 9 und Regel- und Absperrventil 8) kompensiert. Beim vollständigen Schließen der Innenbohrung 4 geht der Stickstoffstrom 10 gegen Null. Daraufhin wird von Überdruckregelung auf Unterdruckregelung umgeschaltet. Hierzu wird das Regel- und Absperrventil 8 geschlossen und das Absperrventil 13 wird geöffnet.

Während der Anziehphase wird der Vakuumpumpe 11 über das offene regel- und Absperrventil 17 und über die Verbindungsleitung 16 ein Stickstoffstrom zugeführt, um in der Vakuumleitung 7 – bis zum Absperrventil 13 - einen vorgegebenen, konstanten Unterdruck aufrecht zu erhalten. Es wird nach dem von der zweiten Druckmessdose 14 gemessenen Unterdruck geregelt. Diese Maßnahme dient dazu, dass beim Umschalten von Überdruckregelung auf Unterdruckregelung bereits ein konstanter Unterdruck in der Vakuumleitung 7 anliegt.

In der eigentlichen Ziehphase ist die Innenbohrung 4 beidseitig verschlossen und der Stab 21 wird – mit einem geregelten Durchmesser von ca. 90 mm - mit annähernd konstanter Abzugsgeschwindigkeit abgezogen. In dieser Phase wird in der Innenbohrung 4 mittels Vakuumpumpe 11, Regel- und Absperrventil 17 und Druckmessdose 12 ein geregelter Unterdruck erzeugt, dessen Sollwert anfänglich auf 0 mbar eingestellt ist und der mit einer Rampe von 50 mbar/min auf den Soll-Unterdruck von etwa -100 mbar (gegenüber Atmosphärendruck (P_a)) abgesenkt wird. Der Regelkreis hierfür umfasst die Vakuumpumpe 11, das Absperr- und Regelventil 17, das Durchflussmessgerät 18 sowie die Druckmessdose 12.

Während der Ziehphase wird der erwähnte konstante Differenz-Innendruck ($P_{i,z}$) von etwa 100 mbar aufrecht erhalten. Dabei handelt es sich um einen vergleichsweise hohen Unterdruck, der – insbesondere bei dem eingesetzten, dickwandigen Hohlzylinder 2 – zu einem raschen Kollabieren der Innenbohrung

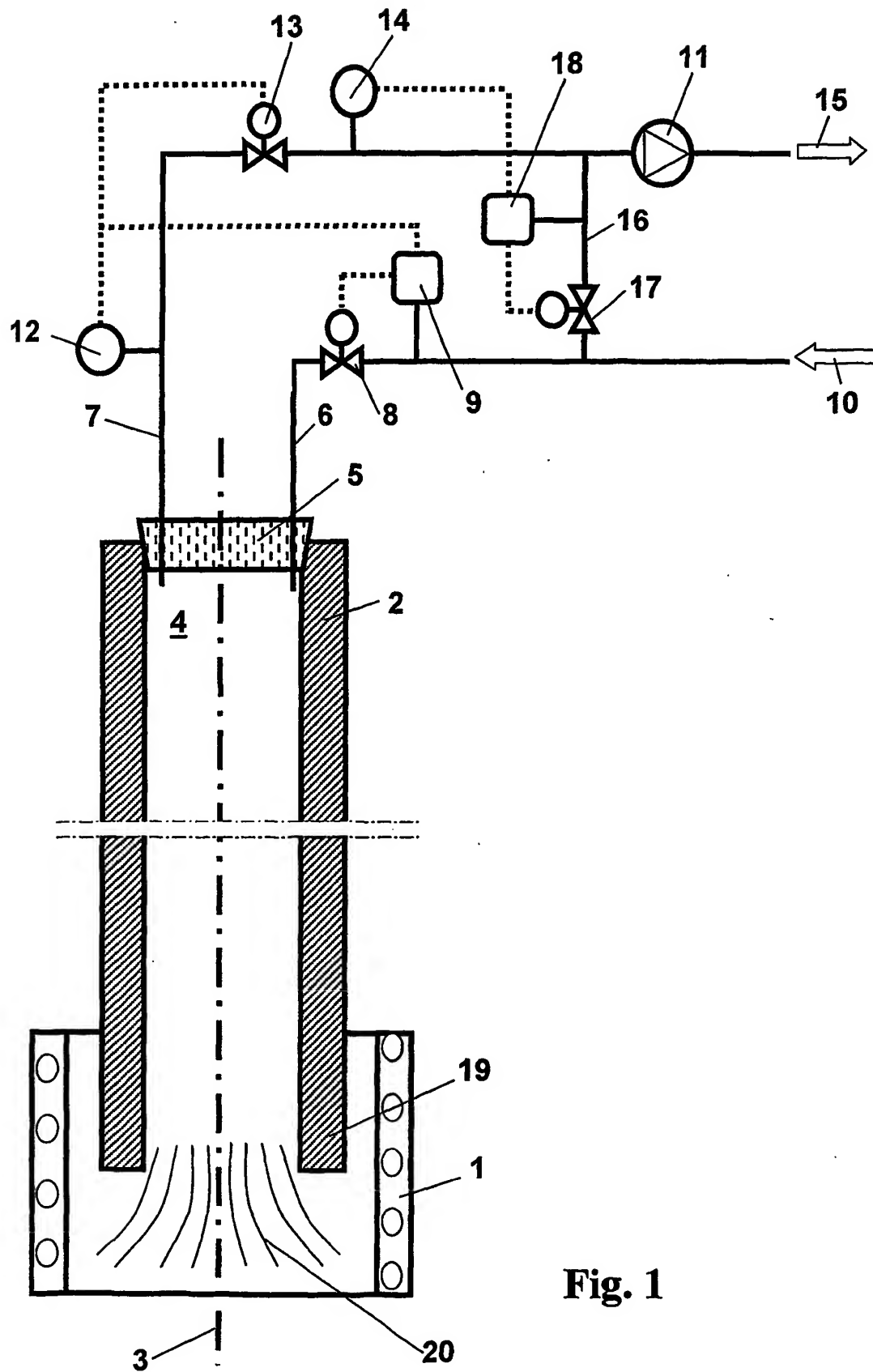
5 4 beiträgt.

Der so erhaltene Stab 21 wird in geeignete Teilstücke abgelängt und als Vorform für die Herstellung von optischen Fasern eingesetzt.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Zylinders aus Quarzglas in einem eine Anziehphase und eine Ziehphase umfassenden Vertikalziehprozess, indem ein
5 eine Innenbohrung mit einem oberen Ende und einem unteren Ende aufweisender Hohlzylinder aus Quarzglas, mit dem unteren Ende beginnend einer Heizzone zugeführt, darin bereichsweise erweicht und unter Schließung der Innenbohrung kollabiert wird, wobei während der Ziehphase in der Innenbohrung des Hohlzylinders ein gegenüber einem außerhalb davon anliegenden Außendruck (P_a) verringerter Innendruck ($P_{i,z}$) angelegt wird, da-
10 durch gekennzeichnet, dass während der Anziehphase das untere Ende (19) mindestens zeitweise offen gehalten wird, und dass im Bereich des offenen, unteren Endes (19) ein Gasfenster (20) erzeugt wird, indem in die Innenbohrung (4) von dem oberen Ende her ein Gasstrom (10) eingeleitet und
15 dadurch im Bereich des offenen Endes (19) ein gegenüber dem Außendruck (P_a) erhöhter Innendruck ($P_{i,A}$) aufrechterhalten wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Innendruck während der Anziehphase ($P_{i,A}$) geregelt wird, und dass als Stellgröße der
20 Regelung der Durchfluss des in die Innenbohrung (4) eingeleiteten Gasstroms (10) verwendet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Innendruck ($P_{i,A}$) während der Anziehphase im wesentlichen konstant gehalten wird.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zur Erzeugung eines Unterdrucks in der Innenbohrung (4)
25 beim Übergang von der Anziehphase zur Ziehphase der erhöhte Innendruck ($P_{i,A}$) auf den verringerten Innendruck ($P_{i,z}$) allmählich verringert wird.
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die Durchflussmenge des Gasstroms (10) gemessen wird, und dass der Übergang ein-
30 setzt, sobald die Durchflussmenge gleich Null ist.

6. Verfahren nach Anspruch 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, dass der Innendruck ($P_{i,A}$) um 50 mbar pro Minute oder langsamer verringert wird.
7. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass der Unterdruck auf einen vorgegebenen Sollwert eingeregelt wird.
- 5 8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass ein Unterdruck unterhalb von 500 mbar eingestellt wird.
9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass ein Unterdruck von mindestens 70 mbar eingestellt wird.
- 10 10. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass ein dickwandiger Hohlzylinder (2) mit einem Außendurchmesser von mehr als 120 mm und einem Verhältnis von Außendurchmesser und Innendurchmesser von mindestens 2,0 eingesetzt wird.
11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zur Herstellung eines Zylinders für die Fertigung eines optischen Wellenleiters ein Hohlzylinder (2) aus hochreinem, synthetischem
15 Quarzglas eingesetzt wird.



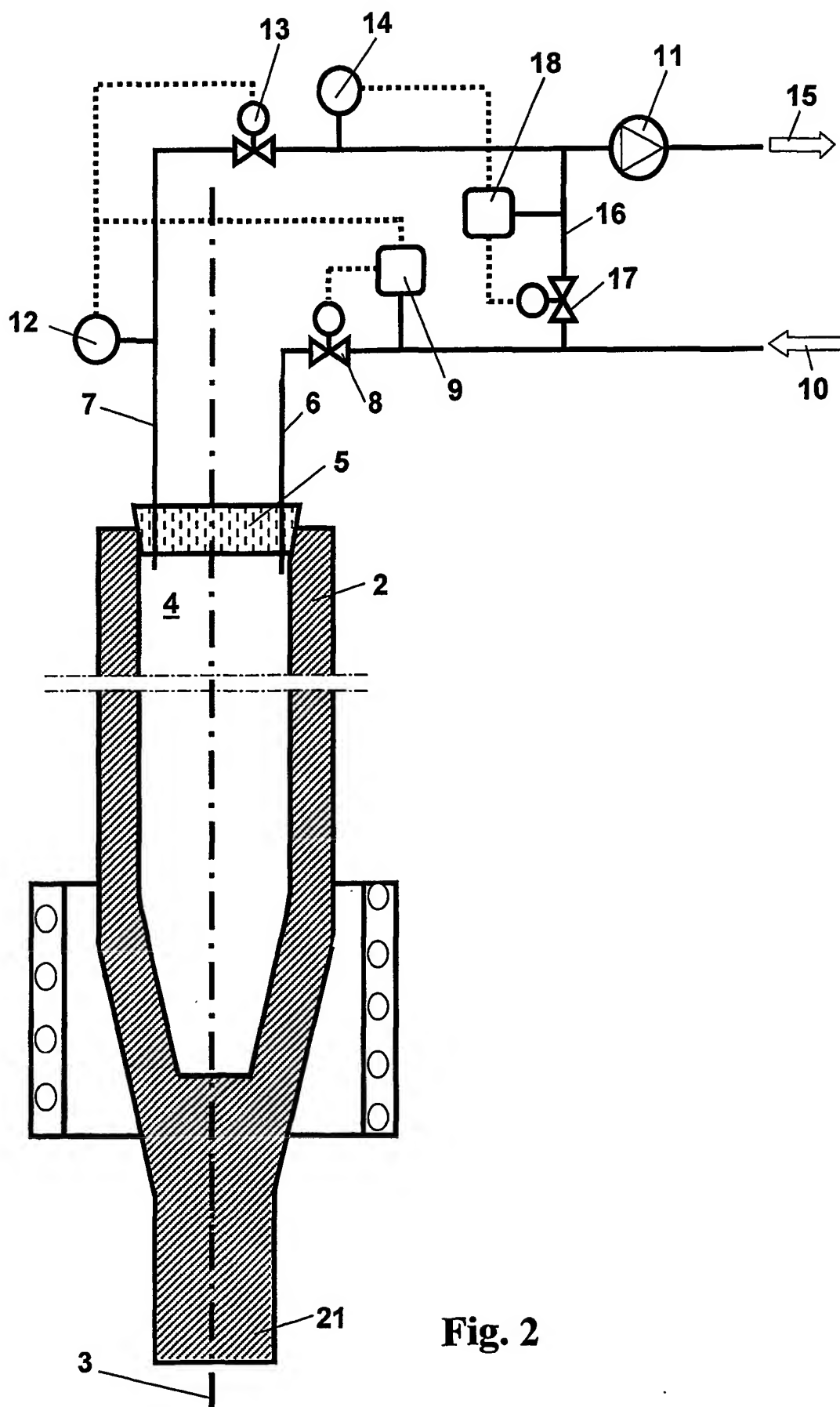


Fig. 2

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 C03B37/012 C03B23/047

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C03B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DE 198 56 892 A (HERAEUS QUARZGLAS) 15 June 2000 (2000-06-15) column 4, line 27 - line 61; claims; examples	1-11
P,X	DE 101 20 817 A (HERAEUS TENEVO AG) 20 December 2001 (2001-12-20) claims; examples	1-11
A	DE 195 36 960 A (HERAEUS QUARZGLAS ;FRAUNHOFER GES FORSCHUNG (DE)) 21 March 1996 (1996-03-21) claims 1-10	1-11
A	DE 41 17 817 A (HERAEUS QUARZGLAS) 3 December 1992 (1992-12-03) claim 1	1-11
	--- -/--	

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"Z" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

15 July 2002

Date of mailing of the international search report

22/07/2002

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Reedijk, A

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	DE 199 15 509 C (HERAEUS QUARZGLAS) 8 June 2000 (2000-06-08) column 4, line 50 - line 64 -----	1-11
A	US 5 026 413 A (LEBERT HELMUT ET AL) 25 June 1991 (1991-06-25) claim 1 -----	1

Patent document cited in search report			Publication date		Patent family member(s)		Publication date	
DE 19856892	A	15-06-2000	DE	19856892	A1		15-06-2000	
			BR	9907813	A		24-10-2000	
			CA	2320358	A1		15-06-2000	
			CN	1290236	T		04-04-2001	
			WO	0034193	A1		15-06-2000	
			EP	1054841	A1		29-11-2000	
DE 10120817	A	20-12-2001	DE	10120817	A1		20-12-2001	
			WO	0194268	A1		13-12-2001	
DE 19536960	A	21-03-1996	DE	19536960	A1		21-03-1996	
			DE	59600769	D1		10-12-1998	
			EP	0767148	A1		09-04-1997	
			JP	9124335	A		13-05-1997	
			US	6098428	A		08-08-2000	
DE 4117817	A	03-12-1992	DE	4117817	A1		03-12-1992	
			CA	2100070	A1		01-12-1992	
			DE	59206873	D1		12-09-1996	
			WO	9221627	A1		10-12-1992	
			EP	0588806	A1		30-03-1994	
			JP	3207855	B2		10-09-2001	
			JP	6507370	T		25-08-1994	
DE 19915509	C	08-06-2000	DE	19915509	C1		08-06-2000	
			CN	1347393	T		01-05-2002	
			WO	0061509	A1		19-10-2000	
			EP	1204609	A1		15-05-2002	
US 5026413	A	25-06-1991	DE	3913875	C1		09-08-1990	
			DE	59001474	D1		24-06-1993	
			EP	0394640	A1		31-10-1990	
			JP	2296740	A		07-12-1990	
			JP	2755780	B2		25-05-1998	

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 C03B37/012 C03B23/047

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 C03B

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	DE 198 56 892 A (HERAEUS QUARZGLAS) 15. Juni 2000 (2000-06-15) Spalte 4, Zeile 27 - Zeile 61; Ansprüche; Beispiele	1-11
P,X	DE 101 20 817 A (HERAEUS TENEVO AG) 20. Dezember 2001 (2001-12-20) Ansprüche; Beispiele	1-11
A	DE 195 36 960 A (HERAEUS QUARZGLAS ;FRAUNHOFER GES FORSCHUNG (DE)) 21. März 1996 (1996-03-21) Ansprüche 1-10	1-11
A	DE 41 17 817 A (HERAEUS QUARZGLAS) 3. Dezember 1992 (1992-12-03) Anspruch 1	1-11
	-/-	

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"Z" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

15. Juli 2002

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

22/07/2002

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2260 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Reedijk, A

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	DE 199 15 509 C (HERAEUS QUARZGLAS) 8. Juni 2000 (2000-06-08) Spalte 4, Zeile 50 - Zeile 64 ----	1-11
A	US 5 026 413 A (LEBERT HELMUT ET AL) 25. Juni 1991 (1991-06-25) Anspruch 1 -----	1

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument		Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie		Datum der Veröffentlichung
DE 19856892	A	15-06-2000	DE	19856892 A1	15-06-2000
			BR	9907813 A	24-10-2000
			CA	2320358 A1	15-06-2000
			CN	1290236 T	04-04-2001
			WO	0034193 A1	15-06-2000
			EP	1054841 A1	29-11-2000
DE 10120817	A	20-12-2001	DE	10120817 A1	20-12-2001
			WO	0194268 A1	13-12-2001
DE 19536960	A	21-03-1996	DE	19536960 A1	21-03-1996
			DE	59600769 D1	10-12-1998
			EP	0767148 A1	09-04-1997
			JP	9124335 A	13-05-1997
			US	6098428 A	08-08-2000
DE 4117817	A	03-12-1992	DE	4117817 A1	03-12-1992
			CA	2100070 A1	01-12-1992
			DE	59206873 D1	12-09-1996
			WO	9221627 A1	10-12-1992
			EP	0588806 A1	30-03-1994
			JP	3207855 B2	10-09-2001
			JP	6507370 T	25-08-1994
DE 19915509	C	08-06-2000	DE	19915509 C1	08-06-2000
			CN	1347393 T	01-05-2002
			WO	0061509 A1	19-10-2000
			EP	1204609 A1	15-05-2002
US 5026413	A	25-06-1991	DE	3913875 C1	09-08-1990
			DE	59001474 D1	24-06-1993
			EP	0394640 A1	31-10-1990
			JP	2296740 A	07-12-1990
			JP	2755780 B2	25-05-1998

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.